

ПУБЛИКАЦИИ ПО АНАЛИТИКЕ В ЖУРНАЛЕ "ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ" (№8-12 за 1998 год и № 1-2 за 1999 год)

Ю.М.Полежаев

Уральский государственный технический университет (УГТУ-УПИ)
620002, Екатеринбург, Мира, 19

В указанных номерах журнала "Заводская лаборатория" по разделу "Анализ вещества" опубликовано 47 статей. Распределение их по методам приведено ниже.

1. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

1.1. Электрохимические методы анализа

1.1.1. Ион-селективные электроды и ионометрия

Газовые сенсоры с увлажненными селективными электродами для контроля сероводорода и аммиака / В.М.Безпальченко, С.И.Кричмар. № 10. С. 16-17.

Изучены электродные характеристики двух ион-селективных электродов для газовых сенсоров на сероводород (медносульфидный) и аммиак (хингидронный), выполненных из углеродной ткани.

1.1.2. Вольтамперометрический анализ

Определение олова(II) и олова(IV) вольтамперометрическим методом на графитовом индикаторном электроде в растворе совмещенного активирования / В.Н.Киришов, Н.С.Копылова. № 8. С.3-5.

Изучены аналитические свойства анодного пика олова(II) и катодного пика олова(IV) на графитовом индикаторном электроде в хлоридном растворе совмещенного активирования печатных плат. Приведены примеры определения обеих форм олова из одной пробы с относительными стандартными отклонениями меньше 0,1. Анализ можно выполнять в автоматическом режиме.

Многоэлементный анализ поверхностных вод методом инверсионной переменного-токовой вольтамперометрии / С.И.Петров, Л.В.Кухникова, Ж.В.Иванова. № 9. С.13-16.

Разработана методика определения ионов Hg,

Полежаев Юрий Михайлович - заведующий кафедрой аналитической химии Уральского Государственного технического университета, доктор технических наук, профессор.

Область научных интересов: химия, технология и анализ веществ и материалов на основе редких металлов.

Автор свыше 410 научных и методических публикаций, в том числе 48 авторских свидетельств,

Cu, Pb, Cd и Zn в природных водах на основе инверсионной переменного-токовой вольтамперометрии с ртутно-графитовым электродом и использованием в качестве фонового 1М раствора LiCl. Показана возможность многоэлементного анализа поверхностных вод без их специальной пробоподготовки. Предел обнаружения (10^{-10} моль/л) предлагаемой методики обес-

печивает надежный экологический контроль природных вод. относительное стандартное отклонение составляет менее 0,15, погрешность не превышает 3,5%.

Процедуры выделения аналитического сигнала вида 1-й производной в автоматизированных вольтамперометрических установках / А.И.Горобец, Н.И.Горобец, Р.М.-Ф.Салихджанова. № 10. С.3-8.

Описан алгоритм обработки и расчета вольтамперограмм при использовании автоматизированных полярографов с учетом помех электрического характера и влияния фона.

Одновременное инверсионно-вольтамперометрическое определение Zn, Cd, Pb, Tl, Sb, Bi и Cu в воздухе / Г.А.Бабич, Е.П.Кисиль, Р.М.-Ф.Салихджанова. № 11. С.3-5.

Описана методика одновременного определения Zn, Cd, Pb, Tl, Sb, Bi и Cu в пробах воздуха, отобранных на фильтрах типа АФА-ХП, методом переменного-токовой вольтамперометрии. Пики анодного растворения элементов в ацетатном буферном растворе (рН 5,2) регистрируют в интервале потенциалов от -1,25 до +0,2В относительно хлоридсеребряного электрода. Относительные стандартные отклонения, рассчитанные для концентраций на уровне ПДК рабочей зоны и ниже при $n = 3$ и $p = 0,95$, составляют 0,23 (Zn, Tl);

0.16 (Bi); 0.10 (Pb, Sb, Cu); 0.09 (Cd).

Определение некоторых токсичных элементов инверсионной вольтамперометрией в хлебобулочных изделиях, винах, напитках и зубных пастах / *А.М.Геворгян, М.М.Табачников, Р.П.Шибельгут, Э.Жошкун, С.В.Олихова. № 11. С.9-11.*

Показана возможность и оптимизированы условия инверсионно-вольтамперометрического определения Cd, Zn, Cu и Pb в рисе, зерне, продуктах его переработки, винах, напитках и зубных пастах. Разработанные электроаналитические методики оценены с точки зрения их точности, экспрессности и избирательности. Относительное стандартное отклонение не превышает 0.25.

Контроль концентрации палладия в растворе совмещенного активирования печатных плат методом анодной инверсионной вольтамперометрии на графитовом электроде / *В.Н.Киришов. № 11. С.11-14.*

Описан инверсионно-вольтамперометрический метод определения палладия в растворах совмещенного активирования печатных плат на графитовом индикаторном электроде с механически обновляемой перед каждым определением поверхностью. Относительное стандартное отклонение составляет 0.02–0.04.

Осциллополярграфическое определение тулия в сплавах системы Tm–Cu–Ge / *Г.Д.Левичкая, Л.О.Дубенская. № 11. С.17-18.*

Исследованы условия осциллополярграфического определения тяжелых редкоземельных элементов из их комплекса с эриохром черным Т и разработана методика определения тулия в сплавах системы Tm–Cu–Ge. Нижний предел определяемых содержаний составляет 1.34 мкг/мл.

Применение адсорбционной вольтамперометрии в следовом контроле неорганических ионов (обзор) / *П.М.Зайцев, Р.М.-Ф.Салихджанова, Н.К.Зайцев. № 1. С.3-15.*

Дан обзор по применению адсорбционной вольтамперометрии в следовом контроле неорганических ионов за 1982-1997 гг. Обзор включает 145 методик определения 62 элементов, представленных в табличной форме.

Новая методика определения селена в водах методом анодной инверсионной вольтамперометрии / *Э.А.Захарова, О.Г.Филичкина, Н.П.Пикула. № 2. С.3-6.*

Описана новая простая вольтамперометрическая методика количественного определения общего содержания селена в водах различных типов после фотохимической пробоподготовки в диапазоне концентраций от 0.003 до 0.05 мг/дм³ с

приписанной характеристикой погрешности результатов анализа, включающего все стадии пробоподготовки и измерений, равной 45 % отн. Особенностью методики является использование золото-графитового электрода вместо ртутного и устранение мешающего влияния анионов (хлорида, бромиды, йодида, нитрита и других) приемом смены электролита в стадии анодного растворения концентрата селена. Метрологическая аттестация методики проведена по результатам анализа проб вод 16 типов (питьевых минеральных, речных, подземных, очищенных сточных).

Инверсионный вольтамперометрический анализ воды на содержание анилина и фенола / *Л.С.Анисимова, Ю.А.Акенеев, В.Ф.Слигченко, Т.И.Щукина, Н.П.Пикула, М.П.Цюрупа. № 2. С.6-8.*

Описаны вольтамперометрические методики количественного химического определения фенола, анилина и некоторых их производных в природных, питьевых и очищенных сточных водах. Показана возможность применения предварительной твердофазной экстракции на стирсорбах для понижения предела обнаружения фенола и анилина, приведены метрологические характеристики методик. Нижние границы определяемых концентраций равны 0.0004 и 0.00005 мг/дм³ для фенола и анилина соответственно. Продолжительность единичного определения не превышает 1.5 ч.

Контроль за содержанием примесей мигрирующих токсичных металлов в игрушках методом инверсионной вольтамперометрии / *О.Г.Филичкина, Л.П.Земан, Э.А.Захарова, В.М.Пичугина, Г.Б.Слепченко, Н.П.Пикула, Н.М.Мордвинова, С.Е.Патрушева. № 2. С.8-10.*

Разработана комплексная методика инверсионно-вольтамперометрического определения мигрирующих элементов (As, Hg, Se, Pb, Cd и Sb) в игрушках из различных материалов (более 50 объектов).

1.1.3. Спектрофотометрический анализ

Экстракционно-фотометрическое определение титана в сплавах с использованием водной расслаивающейся системы вода-нафталин-2-сульфокислота-диантипирилметан / *С.А.Денисова, А.Е.Леснов, Б.И.Петров. № 8. С.6-8.*

Найдены оптимальные условия экстракции и экстракционно-фотометрического определения микроколичеств Ti (IV) с использованием водной расслаивающейся системы, содержащей диантипирилметан и нафталин-2-сульфокислоту. Изучено влияние H₂SO₄ и HCl на сохранение области расслаивания и экстракцию Ti (IV). Иссле-

дована зависимость величины оптической плотности экстракта от концентрации SnCl_2 . Закон Бера выполняется в интервале содержаний Ti в экстракте от 1 до 15 мкг; $\epsilon = 13000$; $\lambda = 400$ нм. Разработана методика экстракционно-фотометрического определения Ti (IV), апробированная на стандартных образцах сплава на никелевой основе ХН78Т(Н5а) и легированной стали 09Х16Н4Б (С346).

Определение железа, никеля, молибдена в нефти из одной навески / Н.А.Аникина. №8. С. 12.

Определение включает озоление пробы, последующее выделение металла и его фотометрическое детектирование.

Фотометрическая методика определения индивидуальных третичных аминов в лекарственных препаратах / Е.Н.Стадничук, В.К.Зинчук. №9. С. 16-17.

Изучены условия N-оксидирования третичных аминов пероксимоносерной кислотой и разработана методика непрямого фотометрического определения третичных аминов в некоторых лекарственных формах. Нижний предел определяемых содержаний составляет 1,0 мкг в 25,0 мл.

Косвенное экстракционно-фотометрическое определение галлия в виде молибденвольфрамовых гетерополикомплексов / Е.Г.Кольцова, А.Б.Вшишкин, Л.П.Цыганок. № 10. С.8-9.

Описана методика косвенного экстракционно-фотометрического определения галлия (10^{-5} – 10^{-4} моль/л), переведенного в гетерополикомплекс $\text{GaMo}_{10}\text{W}_2\text{O}_{40}^{5-}$, по молибдену после реэкстракции в щелочной раствор с использованием его реакции с роданид-ионами в присутствии восстановителя. Определению не мешают 10-кратные массовые количества Al^{3+} , Tl^{3+} , Ni^{2+} , $\text{Ti}(\text{IV})$, Cu^{2+} , $\text{Mo}(\text{VI})$, $\text{W}(\text{VI})$. Влияние $\text{P}(\text{V})$, $\text{As}(\text{V})$, $\text{Si}(\text{IV})$, $\text{Ge}(\text{IV})$ легко устранимо. Методика апробирована на стандартном образце сплава алюминия методом добавок.

Спектрофотометрическое определение 4,4'-бисмалеинимидадифенилметана в различных органических растворителях / Р.Н.Исаев, Т.И.Фарафонова, А.В.Ишков. № 11. С. 6-9.

Получены и исследованы спектры поглощения 4,4'-бисмалеинимидадифенилметана (БМИДФМ) в 6 органических растворителях. Обнаружен гипсохромный сдвиг максимумов поглощения БМИДФМ при увеличении полярности растворителей. Разработаны методики спектрофотометрического определения БМИДФМ в различных растворителях. Пределы обнаружения составляют 0,1–0,6 мкг/мл.

Экстракционно-абсорбциометрическое опре-

деление микрограммовых количеств золота (III) тионином в сернокислой среде / Н.О.Геокчан, А.А.Егуазарян, Дж.А.Микаелян, А.Г.Хачатрян. №11. С.15-17.

Описан новый экстракционно-абсорбциометрический метод определения микрограммовых количеств золота (III) тионином в сернокислой среде. Проведено сопоставление полученных результатов с соответствующими данными, полученными при использовании других тиазиновых красителей – производных тионина.

Определение ароматических и нафтяных углеводородов в индустриальном масле И-12А / А.Н.Артемов, Л.Л.Семеньчева, В.А.Алферов, Т.И.Лигоньякая, Е.В.Сазонова. № 11. С.30-32.

Описана методика количественного определения ароматических и нафтяных углеводородов в индустриальном масле И-12А. Для идентификации углеводородов использован метод ИК-спектроскопии. Спектры масла и все последующие регистрировали на спектрофотометре UR-20 с компенсацией углеводородов парафинового ряда деканом. Для спектра масла сделано отнесение основных полос поглощения. По значению оптической плотности масла в сравнении с эталонными растворами пара-третбутилтолуола и циклогексана рассчитаны концентрации в нем циклических соединений.

Тест-метод определения урана (VI) и тория (IV) при совместном присутствии на твердой фазе с арсеназо III / В.П.Дедкова, О.П.Швоева, С.Б.Саввин. № 12. С. 7-10.

Предложен визуальный метод определения урана (VI) и тория (IV) при совместном присутствии с арсеназо III, который иммобилизован на волокнистом материале, наполненном анионообменником. Метод позволяет определять суммарное содержание урана и тория и содержание тория из одной пробы с использованием двух цветных шкал в диапазоне концентраций 0,02–0,24 мг/л суммы элементов и 0,01–0,12 мг/л тория при их соотношении от 1:3 до 3:1. Погрешность анализа не превышает $\pm 50\%$.

Спектрофотометрическое определение 1,2-фенилендиамина в различных растворителях / Р.Н.Исаев, Е.П.Мерзлякова. № 1. С. 16-18.

Получены и исследованы спектры поглощения 1,2-фенилендиамина в 10 различных органических растворителях. Обнаружено, что с увеличением полярности растворителей наблюдается коротковолновый сдвиг спектров поглощения ФДА. Разработаны методики спектрофотометрического определения ФДА в некоторых исследованных растворителях, которые сопостав-

лены с фотометрическим определением ФДА по реакции образования азосоединения.

1.1.4. Атомно-абсорбционный анализ

Использование атомно-абсорбционного спектрофотометра ААС-1 для определения состава двухкомпонентной системы ацетон – вода / А.В. Иванов, А.И. Лазарев, Н.Д. Королева. № 8, с. 13.

Рассмотрена возможность использования аэрозолей в качестве аналитической формы для фототурбидиметрического анализа водно-ацетонных растворов.

Атомно-абсорбционное определение натрия, калия, лития и ртути в германии высокой чистоты / Э.С. Блинова, В.Г. Мискарьянц. № 9, с. 21-22.

Описано прямое атомно-абсорбционное с электротермической атомизацией определение щелочных металлов и ртути в германии высокой чистоты. Методика основана на фракционном испарении примесей из расплавленного королька германия непосредственно в графитовой кювете атомизатора ХГА-72.

Определение тяжелых элементов в продуктах питания методами атомно-абсорбционной и атомно-эмиссионной спектроскопии / Н.И. Золотарева, Г.Ф. Телегин, С.С. Гражулене. № 11, с. 20-23.

Описаны методики атомно-абсорбционного и атомно-эмиссионного определения Hg, As, Pb, Cd, Cu, Zn, Fe и Mn в продуктах питания с пределами обнаружения 0,0002–0,7 мг/кг, что значительно ниже их предельно допустимых концентраций. Разложение проб продуктов питания проводили в аналитическом автоклаве конструкции "Тиредмет – АНКОН-АТ". Подобраны оптимальные условия для разложения различных типов продуктов питания. Относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,11.

Атомно-абсорбционное определение примеси мышьяка в хлориде аммония, полученном из люизита / В.Т. Демарин, А.Д. Зорин, А.Ю. Важнев, Л.В. Склемина, Е.Н. Каратаев. № 11, с. 23-25.

Описана методика атомно-абсорбционного определения мышьяка в хлориде аммония, полученного из люизита. С целью снижения относительного предела обнаружения определяемого элемента до $2 \cdot 10^{-8}$ % масс. использовано концентрирование мышьяка на внутренней поверхности нагреваемой кварцевой трубки при термораспаде арсина.

Измерения на уровне пределов обнаружения в электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии с зеемановской коррекцией фона / Л.К. Ползик, О.Ю. Бегак, А.В. Бородин, А.В. Новичихин. № 12, с. 14-18.

Теоретически и экспериментально изучена

возможность минимизации погрешности измерений вблизи пределов обнаружения в электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии. Разработаны и опробованы новые алгоритмы обработки измерительной информации с целью улучшения пределов обнаружения на примере определения кадмия в крови, морской воде и моче. Показано, что оптимизация измерительной процедуры позволяет значительно снизить пределы обнаружения метода.

Атомно-спектроскопическое определение лития, натрия, калия и стронция в высокочистом скандии / Н.Ф. Бейзель. № 12, с. 22-23.

Определение выполняли методом пламенной фотометрии с использованием атомно-абсорбционного спектрофотометра. Изучено влияние скандия на величину аналитического сигнала определяемых элементов.

1.1.5. Фазовый анализ

Разработка и усовершенствование методов определения форм проявления марганца в бакальских сидеритовых рудах и продуктах их обжига и окискования / Б.П. Юрьев, Т.И. Костоусова. № 12, с. 10-18.

Разработана методика определения форм проявления марганца в бакальских сидеритовых рудах, в которых железо представлено в виде железистых карбонатов. Усовершенствован метод определения форм проявления марганца в продуктах окискования этих руд. Предложены схемы фазового анализа, проверенные на технологических пробах сидеритовых руд и продуктах их обжига и окискования.

Спектроскопия комбинационного рассеяния света кубических твердых растворов Y_2O_3 в Bi_2O_3 / В.Н. Стрекаловский, Э.Г. Вовкотруб. № 2, с. 26-28.

Методом спектроскопии комбинационного рассеяния света исследованы твердые растворы Y_2O_3 в Bi_2O_3 (с содержанием оксида иттрия 20-43 %). Показано, что спектры КРС не соответствуют правилам отбора для этой пространственной группы, что объясняется наличием дефектов в кислородной подрешетке элементарной ячейки твердых растворов. Отмечено, что факт нарушения правил отбора относится как к моно-, так и к гетеровалентному изоморфизму, а разница в спектрах КРС для различных систем может быть связана с различным взаимодействием вакансий кислорода с ближайшим окружением (в рамках образования участков микродоменов).

1.1.6. Прочие методы анализа

Анализ компонентов выбросов огневой резки / Н.В. Дорошенко. № 10 / с. 10-15.

Приведены результаты анализа химического и дисперсного состава пылей, компонентного состава газовых выбросов, образующихся при огневой резке металлолома. Показано, что валовые выбросы пылегазовыделений зависят от способа резки, марки стали и чистоты разрезаемого материала. Разработанные методики отбора проб предназначены для лабораторий экологии и предприятий переработки металлолома.

Бесконтактный способ определения концентрации электролитов/Б.И.Герасимов, Е.И.Глинкин, С.В.Мищенко, М.Ю.Серегин, Е.Б.Герасимова. № 9. С. 18-20.

Описан бесконтактный кондуктометрический способ контроля концентрации электролитов в широком измерительном диапазоне, позволяющий повысить точность и оперативность определения концентрации электролитов по сравнению с известными как минимум в 3 раза.

2. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

2.1. Атомно-эмиссионный анализ

О погрешностях регистрации и обработки спектров эмиссии многоканальным анализатором эмиссионных спектров/В.Г.Гаранин, И.Р.Шеллакова. № 9. С. 23-25.

Экспериментально и моделированием оценено значение относительного стандартного отклонения (s_r), характеризующего случайную погрешность измерения интенсивности спектральной линии многоканальным анализатором эмиссионных спектров (МАЭС). Показано, что величина s_r , определяемая шумами МАЭС и температурным дрейфом линии относительно фотодиодов, зависит от режима работы МАЭС, возрастает с падением интенсивности линии и в пределах более двух порядков величины измеряемой интенсивности не превышает 0,01.

2.2. Рентгенофлуоресцентный анализ

Применение портативного рентгеновского спектрометра "СПАРК-1М" для определения тяжелых металлов в объектах окружающей среды/Б.Д.Калинин, Н.И.Карамышев, Р.И.Плотников, Г.А.Пшеничный, М.В.Шимараев, А.М.Набоков, Н.М.Сорокина, Г.И.Цизин. № 8 С. 15-19.

Описаны методики определения тяжелых металлов в объектах окружающей среды с использованием портативного рентгеновского спектрометра "СПАРК-1М". Градуировку спектрометра проводили по стандартным образцам растворов, горных пород, почв и донных отложений. В случае анализа воды применяли концентрирование на сорбционных фильтрах. Приведены результаты метрологической аттестации и промышлен-

ных испытаний..

Определение тяжелых металлов в минерализованных водных средах методом рентгенофлуоресцентного анализа при полном внешнем отражении излучения/В.П.Краснолуцкий, Н.Ф.Лосев, Г.И.Полуянова, Л.А.Беспалова. № 11. С. 26-27.

Предложенный метод рентгенофлуоресцентного анализа при полном внешнем отражении излучения применялся для одновременного определения > 10 элементов в пробах морской воды Азовского и Черного морей. Для достижения необходимой чувствительности анализа применяли разделение и химическое концентрирование определяемых элементов. Достигнутый предел обнаружения < 1 мкг/кг.

Рентгенофлуоресцентное определение тяжелых металлов в сточных водах промышленных предприятий/В.Н.Таланова, М.М.Томишко, Е.Г.Чеблакова, А.В.Путилов. № 11. С. 28-29.

Описаны методики определения Na, Mg, K, Ca, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Cd, Sr, Pb в образцах промышленных вод завода по термической переработке твердых бытовых отходов. Методики использованы при разработке основных физико-химических принципов процесса очистки от тяжелых металлов электрохимическим методом с применением гибких углеграфитовых электродов.

Оценка эффективности способов рентгенофлуоресцентного анализа сплавов при полном внешнем отражении первичного излучения/В.П.Краснолуцкий, Г.И.Полуянова. № 12. С. 19-22.

Изучены возможности применения внешнего стандарта и метода добавок в рентгенофлуоресцентном анализе при полном внешнем отражении. Показана ранее не реализованная в РФА-ПВО возможность получения надежных результатов без использования метода внутреннего стандарта. Сопоставлены погрешности трех способов при определениях элементов в стандартных образцах растворов металлов. Способ с использованием образцов сравнения применяли при определении состава многокомпонентных тонких пленок толщиной от 4 до 200 нм. Внешний стандарт и метод добавок использовали при определении основных и примесных элементов в шлаках электролитического производства, твердых сплавах, латунях и исследовании состава метеоритного вещества.

Применение портативного рентгеновского спектрометра "СПАРК-1М" для анализа сталей и сплавов/Б.Д.Калинин, Р.И.Плотников. № 9. С. 29-32.

Приведены основные характеристики портативного сканирующего рентгеновского спектро-

метра СПАРК-1М и его программного обеспечения, предназначенного для количественного и безэталоного полуколичественного анализа. Показана возможность применения спектрометра для маркировочного анализа легированных сталей и сплавов на основе никеля и меди.

2.3. Масс-спектральный анализ

Лазерный масс-спектрометрический анализ изотопно-обогащенных твердых веществ / И.Д.Ковалев, А.М.Потанов. № 8. С. 19-23.

Описана методика измерения изотопного состава элементов твердых веществ со степенью обогащения основным нуклидом более 95 % с использованием лазерного масс-спектрометра "ЭМАЛ-2". Методика основана на анализе сухого концентрата, получаемого из раствора исследуемого вещества и внутреннего изотопного стандарта на подложке из высокочистого металла. Расчет концентрации основного изотопа выполняется по сумме содержаний остальных, определяемых с пределом обнаружения до $n \cdot 10^{-6}$ % масс. Погрешность определения находится в интервале 0,1–0,02 % масс. Одновременно в рамках данного метода определяется примесный состав вещества по 72 элементам.

Повышение послыонного разрешения метода масс-спектрометрии вторичных ионов при использовании протонных пучков / М.А.Васильев, И.Н.Макеева. № 9. С. 26-29.

Показано, что использование протонов в качестве бомбардирующего пучка позволяет существенно расширить возможности практического применения метода масс-спектрометрии вторичных ионов. Ввиду того, что степень ионизации при бомбардировке протонами аномально велика, а коэффициент распыления чрезвычайно мал ($\sim 10^{-2}$ атм/ион), при одинаковых плотности тока и энергии первичных ионов бомбардировка протонами на два-три порядка улучшает послыонное разрешение, не снижая при этом концентрационную чувствительность и локальность по сравнению с бомбардировкой наиболее часто используемыми ионами аргона и кислорода. Наиболее эффективно протонная масс-спектрометрия может применяться при послыонном анализе очень тонких слоев (от долей монослоя до 100 Å) и межфазных границ раздела.

Разработка и исследование источника радиочастотного тлеющего разряда для масс-спектрометрического анализа / А.И.Сапрыкин. № 2. С. 14-26.

Описан опыт разработки радиочастотного источника тлеющего разряда для масс-спектрометров высокого разрешения. Проведена серия

электрических, энергетических и спектральных измерений зависимости величины аналитического сигнала от конструкции и рабочих параметров (мощности и давления) источника. Показано, что оптимизация рабочих параметров источника и пропускания энерго-масс-анализатора позволяет повысить отношение аналитического сигнала к фоновому более чем на два порядка. Приведены примеры практического использования масс-спектрометрии с радиочастотным тлеющим разрядом для решения актуальных аналитических задач, включая обзорный и послыонный анализ полупроводников и керамик.

3. РАЗДЕЛЕНИЕ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ В АНАЛИЗЕ

Групповое концентрирование и определение цинка, кадмия и свинца при анализе питьевых и природных вод / Н.Н.Басаргин, Э.Р.Осютская, Г.И.Карпушина, Ю.Г.Розовский. № 12. С. 3-6.

Описана методика атомно-абсорбционного и хроматографического определения Zn, Cd и Pb в питьевой и природных водах, основанная на предварительном групповом концентрировании элементов полимерным хелатным сорбентом – поли[4-(2-окси-3-карбокси-5-нитрофенил-1-азо)-стирол]. Определению не мешают $n \cdot 10^5$ -кратные массовые количества K, Na, NO_3^- , HPO_4^{2-} , HCO_3^- , F^- , сульфосалициловой кислоты; $n \cdot 10^4$ – Ca, Mg; $n \cdot 10^3$ – Ba, Sr; $n \cdot 10^2$ – Al, Fe, Mn, Ni, Co, Cu. Совместное количественное извлечение элементов происходит в статических условиях при pH 5–6. Правильность методики проверена методом добавок. Относительное стандартное отклонение равно 0,02–0,04.

4. ПРИБОРЫ И УСТРОЙСТВА

Способ и устройство для приготовления разбавленных газовых смесей заданного состава / С.И.Кричмар. № 8. С. 8-11.

Обоснован принцип приготовления газовых смесей заданного состава за счет испарения раствора летучих примесей в индифферентном растворителе с поверхности капиллярно-пористого тела. Описано усовершенствованное устройство для реализации предлагаемого способа.

Модифицированное устройство для наполнения пипеток жидкостями / М.Ф.Кесаманлы. № 8. С. 14.

Приведена схема устройства, позволяющего просто и надежно регулировать сливание жидкости из пипетки.

Универсальная воронка для фильтрования при обычном и пониженном давлении / М.Ф.Ке-

саманлы. № 11. С. 19.

Приведена схема универсальной воронки и описана методика работы с ней.

Устройство для фотохимической пробоподготовки / А.Т.Овчаров, Б.В.Акимов. № 2. С. 11-13.

Описан фотохимический минерализатор ФМ-20-2 – устройство для фотохимической пробоподготовки жидких сред, принцип действия которого основан на использовании жесткого УФ-излучения в спектральном диапазоне 185–260 нм, обладающего высокой фотоактивностью по отношению к растворенным органическим веществам. Источником УФ-излучения служит ртутная дуговая лампа низкого давления для фотохимических процессов U-образной формы с зеркальным отражающим покрытием типа ДРФХ-20 УЗ. Устройство сочетает в себе высокую эффективность благодаря оптимизированному режиму эксплуатации лампы и использованию качественных оптических материалов для конструктивных элементов, малую потребляемую мощность, оптимизированный тепловой режим пробы.

5. МЕТРОЛОГИЯ АНАЛИЗА

Оценка предела обнаружения элементов при анализе порошковых проб / В.Н.Аполицкий. № 8. С. 24-28.

С учетом дискретного характера аналитических сигналов, получаемых при определении малых содержаний элементов в порошковых пробах, предложен новый критерий оценки предела обнаружения, основанный на пуассоновском распределении. Выведена формула для вычисления относительного предела обнаружения элемента в порошковой пробе по значениям массы используемой навески, плотности минерала, содержащего искомый элемент, диаметра крупинки минерала и содержания этого элемента в нем. Результаты расчетов сопоставлены с экспериментальными данными.

Метрологические аспекты отбора и подготовки проб от партий серебросодержащей золы / Л.Н.Филимонов, И.А.Майоров, Ю.А.Карпов, В.А.Разумов, Ю.М.Калмыков, Т.М.Душкова. № 9. С. 4-13.

Исследованы случайные составляющие погрешности экспериментального определения серебра в партиях серебросодержащей золы. Обсуждены метрологически важные особенности схемы опробования, дан необходимый математический аппарат, дополняющий существующую теорию опробования. Приведен численный пример обработки и метрологического анализа экспериментальных данных. Намечены перспективные пути уменьшения погрешности опробования.

* * * * *